

MOULDED SOFT MAGNETIC PART PRODUCED BY METAL POWDER PROCESSING TECHNIQUE AND EXHIBITING HIGH MAXIMUM PERMEABILITY, RELATED MANUFACTURING METHODS AND USES

Publication number: WO2004033135

Publication date: 2004-04-22

Inventor: TENBRINK JOHANNES (DE); BRAND ROBERT (DE); KRAUS BURKHARD (DE); REPEL GEORG-WERNER (DE)

Applicant: VACUUMSCHMELZE GMBH & CO KG (DE); TENBRINK JOHANNES (DE); BRAND ROBERT (DE); KRAUS BURKHARD (DE); REPEL GEORG-WERNER (DE)

Classification:


- international: **B22F1/00; B22F1/02; H01F1/147; H01F1/26; H01F41/02; B22F1/00; B22F1/02; H01F1/12; H01F41/02;** (IPC1-7): B22F1/02; B22F1/00; H01F1/24

- European: B22F1/00A4; B22F1/02; H01F1/147N4B2B; H01F1/26; H01F41/02A4



Application number: WO2003EP05209 20030517

Priority number(s): DE20021045088 20020927

Also published as:

 DE10245088 (B3)

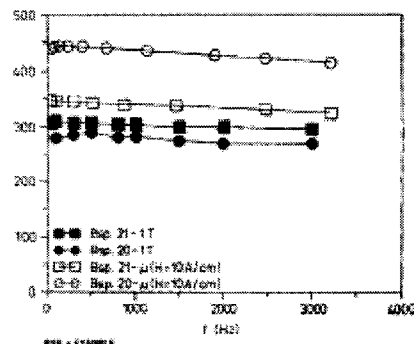
Cited documents:

 EP1061534
 DE3907090

[Report a data error here](#)

Abstract of WO2004033135

The invention concerns a moulded magnetic part consisting of layers of powder particles of a ferromagnetic material. An insulation arranged between said powder particles electrically isolate them at least partly from one another. The moulded part is reinforced by annealing. The invention also concerns a related production method and use of same comprising the following steps: treating a ferromagnetic material powder with a phosphate constituent; treating same with another constituent containing organofunctional silanes or a constituent containing both phosphates and organofunctional silanes; optionally adding compressing additives, binders, resins or lubricants; pressing the resulting compressed powder to form a green compact; annealing said green compact at a temperature exceeding the decomposition temperature of the organofunctional silanes to produce a mechanically reinforced moulded part.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 102 45 088 B3** 2004.01.08

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **102 45 088.9**
(22) Anmeldetag: **27.09.2002**
(43) Offenlegungstag: –
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **08.01.2004**

(51) Int Cl.⁷: **B22F 1/02**
B22F 9/16, H01F 41/02, H01F 3/08,
H01F 1/22

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden.

(71) Patentinhaber:
Vacuumschmelze GmbH & Co. KG, 63450 Hanau, DE

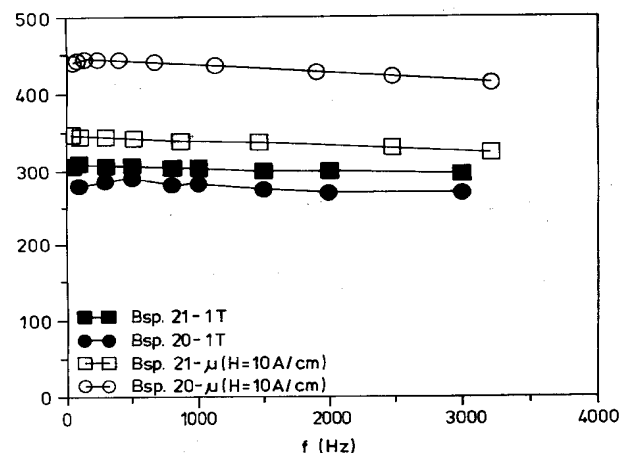
(74) Vertreter:
Westphal, Mussgnug & Partner, 80336 München

(72) Erfinder:
Tenbrink, Johannes, Dr., 63776 Mömbris, DE;
Brand, Robert, Dr., 63814 Mainaschaff, DE; Kraus,
Burkhard, 63826 Geiselbach, DE; Reppel,
Georg-Werner, 63546 Hammersbach, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:
DE 44 03 876 A1
DE 34 39 397 A1
US 26 01 212

(54) Bezeichnung: **Pulvermetallurgisch hergestelltes weichmagnetisches Formteil mit hoher Maximalpermeabilität, Verfahren zu seiner Herstellung und dessen Verwendung**

(57) Zusammenfassung: Beschrieben ist ein magnetisches Formteil aus beschichteten Pulverteilchen, wobei die Pulverteilchen aus einem ferromagnetischen Material bestehen, die Pulverteilchen durch eine zwischen den Pulverteilchen befindliche Isolation zumindest teilweise voneinander elektrisch isoliert sind und das Formteil durch Glühung mechanisch verfestigt ist, ein Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein pulvermetallurgisch hergestelltes weichmagnetisches Formteil mit hoher Maximalpermeabilität, und ein Verfahren zur Herstellung dieses Formteils aus metallischen Pulverteilchen, wobei die Pulverteilchen mit einer elektrischen Isolationsschicht versehen werden, so dass bei Anwendung des Formteils als Magnetkern in Wechselfeldern, wie sie beispielsweise in schnellschaltenden Magnetventilen auftreten können, die Wirbelstromverluste gering sind. Ferner betrifft die Erfindung die Verwendung dieses Formteils in dynamischen Anwendungen, wie beispielsweise als Magnetkerne in Magnetventilen in Einspritzanlagen von Kraftfahrzeugen, als Kerne von Zündspulen, als Joche in Magnetsystemen zur Ventilsteuerung oder als Rotor bzw. Stator in Motoranwendungen.

[0002] Bei der Entwicklung weichmagnetischer Pulververbundwerkstoffe der oben genannten Art werden folgende Eigenschaften gleichzeitig optimiert:

1. ein maximaler spezifischer Widerstand, aus welchem minimale Wirbelstromverluste resultieren;
2. eine minimale Koerzitivfeldstärke, durch welche minimale Hystereseverluste bewirkt werden;
3. eine maximale Permeabilität;
4. ein maximaler Füllgrad mit Magnetmaterial, d.h. eine hohe Dichte, aus der eine maximale Sättigungspolarisation resultiert.

[0003] Insbesondere die Forderungen an den spezifischen Widerstand und die Koerzitivfeldstärke lassen sich in der Regel schlecht miteinander vereinbaren, da die notwendige Glühung zur Reduzierung der Koerzitivfeldstärke in der Regel auch zu einer Verringerung des spezifischen Widerstandes führt.

[0004] Untersuchungen zeigen aber bei gegebenen Koerzitivfeldstärken das beste Widerstandsniveau, wenn man gleichzeitig relativ große Werte für Permeabilität und Dichte fordert. Es gewährleistet eine Reduzierung der Koerzitivfeldstärke unter Beibehaltung eines hohen Widerstandsniveaus.

Stand der Technik

[0005] Die US 2,601,212 schlägt zur Herstellung von weichmagnetischen Pulververbundwerkstoffen für Anwendungen im Hochfrequenzbereich ein Verfahren vor, bei dem phosphatiertes Carboneisen mit 1 bis 6 Gew.% Organosilanen als Binder versetzt werden. Nach dem Verpressen werden die Formteile bei Temperaturen um die 150°C ausgehärtet. Eine Glühung und damit eine Zersetzung der Organosilane findet nicht statt, das heißt, die Organosilane werden polymerisiert und liegen im fertigen Formteil als Binderpolymer vor. Die damit erzeugten Formteile sind bzgl. Einsatzfrequenzen kleiner 10 kHz untauglich.

[0006] Ein Verfahren, welches dieser Tatsache Rechnung trägt, ist in der DE 34 39 397 beschrieben. Nach diesem Verfahren werden Pulverteilchen, die mit einer Phosphatisolation versehen sind, einer Glühung in oxidierender Atmosphäre bei einer Temperatur von maximal 600°C unterzogen. Die Glühbehandlung führt zu einer Absenkung der Koerzitivfeldstärke des Eisens und erhöht aufgrund der Entstehung von Eisenoxid zwischen den Pulverteilchen die Festigkeit des Formteils.

[0007] Ein ähnliches Verfahren mit anschließender Glühung zeigt, dass ein Schutz der mit einer Phosphatisolation versehenen Pulverteilchen während des Pressens mittels einer organischen Harzschicht möglich ist.

[0008] Diese aus dem Stand der Technik bekannten pulvermetallurgisch hergestellten Formteile sind bezüglich der Maximalpermeabilität, welche bei 50 Hz und $H = 10 \text{ A/cm}$ bestimmt ist, herkömmlichen weichmagnetischen Legierungswerkstoffen noch deutlich unterlegen. So werden im allgemeinen Maximalpermeabilitäten von bis zu 200 erreicht. Für bestimmte Anwendungen der Formteile, beispielsweise als Kernmaterial in Magnetventilen der Kraftfahrzeugtechnik, ist jedoch häufig eine Maximalpermeabilität von mindestens 275 vorzugsweise größer 300, erwünscht.

Aufgabenstellung

[0009] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Formteil mit weichmagnetischen Eigenschaften, hoher Maximalpermeabilität, welche bei 50 Hz und $H = 10 \text{ A/cm}$ bestimmt ist, bei gleichzeitig hoher mechanischer Festigkeit bereitzustellen. Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines weichmagnetischen pulvermetallurgisch hergestellten Formteils mit schnellem Ansprechverhalten, wobei unter einem guten Ansprechverhalten erfindungsgemäß verstanden wird, dass die frequenzabhängige Maximalpermeabilität eines Kerns aus diesem Material im gesamten Frequenzband von 0 bis 4 kHz vorzugsweise mindestens 200 beträgt.

[0010] Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch ein pulvermetallurgisch hergestelltes Formteil aus verpressen und geglühten weichmagnetischen phosphatbeschichteten Pulverteilchen gelöst, wobei die phosphatbeschichteten Pulverteilchen vor der Glühung mit organofunktionellen Silanen beschichtet worden sind, wobei der Gewichtsanteil der organofunktionellen Silane zwischen 0,1 und 3 Gew.% an dem ungeglühten Formteil

liegt und nach der Glühung das Formteil keine polymerisierten Organosilane enthält, gekennzeichnet durch einen spezifischen Widerstand $\rho \geq 10 \mu\Omega\text{m}$, eine Koerzitivfeldstärke $H_c \leq 3,0 \text{ A/cm}$, Hystereseverlust $W_H \leq 0,1 \text{ J/kg}$ bei einer Aussteuerung von $B = 1 \text{ Tesla}$, einer Maximalpermeabilität (gemessen bei $f = 50 \text{ Hz}$) > 275 und eine Dichte $\gamma \geq 7,1 \text{ g/cm}^3$.

[0011] Der wesentliche Gedanke der vorliegenden Erfindung liegt zum einen in der isolierenden Wirkung des Materials und zum anderen in der schmierenden Wirkung der Silanschicht. Letztere ergibt sich dadurch, dass das organofunktionelle Silan nicht zu Siloxan auspolymerisiert wird, wie das in der oben genannten US 2,601,212 der Fall ist. Dies würde bei Temperaturen von ca. $100\text{--}150^\circ\text{C}$ geschehen, beim Beschichtungsprozess wird das Pulver aber lediglich bei ca. 50°C getrocknet. Bei der anschließenden Glühung der gepressten Teile kommt es dann zur Polymerisierung, allerdings sind die entstehenden Siloxane nicht sehr temperaturbeständig, so dass sie oberhalb von ca. 200°C zerstört werden. Es verbleibt im wesentlichen SiO_2 im Werkstoff.

[0012] Insgesamt hat sich gezeigt, dass eine Glühung, bei der die Organosilane zersetzt werden, nach dem Pressen geeignet ist, die besagten Verluste zu verringern. Zur möglichst effektiven Ausheilung von kristallinen Defekten und zur Förderung des Kornwachstums wären an sich möglichst hohe Temperaturen im Bereich von etwa 1100°C wünschenswert. Allerdings würde bei dieser Temperatur die auf der Oberfläche der Pulverteilchen befindliche Phosphatisolation zerstört werden.

[0013] Durch die schmierende Wirkung der nicht auspolymerisierten Silanschicht des Pulvers vor dem Verpressen kann der Anteil des Presshilfsmittels deutlich reduziert werden. Typischerweise wird Presshilfsmittel in einer Menge von ca. $0,5 \text{ Gew.}\%$ zugesetzt. Durch das Silan kann dieser Anteil auf $0,25$ bzw. $0,125 \text{ Gew.}\%$ oder sogar $0 \text{ Gew.}\%$ gesenkt werden. Dies ist vorteilhaft für die resultierende Dichte des Werkstoffes und für die spezifische Gesamtverlustleistung (in W/kg).

[0014] Diese setzt sich aus den Hystereseverlusten und den Wirbelstromverlusten zusammen:

$$P_{Fe} = P_H + P_W \quad (1)$$

[0015] Dabei gilt eine proportionale Abhängigkeit der Hystereseverlustleistung von der Frequenz:

$$P_H = W_H \cdot f \quad (2)$$

[0016] Die Wirbelstromverluste wiederum enthalten zwei Anteile. Einerseits fließen die Wirbelströme innerhalb der Pulverpartikel, andererseits auch über das gesamte Teilevolumen:

$$P_W = P_{WP} + P_{WV} \quad (3)$$

[0017] Für die Berechnung der Wirbelstromverlustleistung gilt allgemein:

$$P_W = z \cdot \frac{d^2}{\rho_{el} \cdot \gamma} \cdot B^q \cdot f^2 \quad (4)$$

(geometrieabhängiger Vorfaktor z , Durchmesser d , spez. Widerstand ρ_{el} , Dichte γ , Induktion B mit Exponenten q , Frequenz f)

[0018] Bei der Wirbelstromverlustleistung innerhalb der Pulverpartikel (mittlerer Durchmesser d) gilt der Vorfaktor $z = \pi^2/20$ (nach K. Honma und N. Hirano, R&D 2, 40–42 (1980)). Für den Widerstand und die Dichte sind die Werte für Reineisen einzusetzen ($\gamma_{Fe} = 7,87 \text{ g/cm}^3$ und $\rho_{Fe} = 0,1 \mu\Omega\text{m}$).

[0019] Für die Berechnung der Wirbelstromverlustleistung über das gesamte Teilevolumen wird die untersuchte Ringgeometrie in guter Näherung mit einer Toroidform angenähert. Man erhält den Vorfaktor $z = \pi^2/16$ (nach R. M. Bozorth, Ferromagnetism, IEEE Press, New York, 1993). Weiterhin benötigt man den Eisendurchmesser D des Toroids und die makroskopische Dichte. Legt man die gemessenen Hystereseverluste und Widerstände zugrunde, ergibt sich folgende Gleichung für die Gesamtverlustleistung (bei einer Aussteuerung von $B = 1 \text{ T}$):

$$P_{Fe} \leq W_H \times f + 627 (\text{Ws}^2)/(\text{kgm}^2) \times d^2 \times f^2 + c \times D^2 \times f^2$$

mit der Obergrenze für die Hystereseverluste $W_H \leq 0,14 \text{ J/kg}$.

[0020] Während der Glühbehandlung setzen sich die organofunktionellen Silane in deren bei den entsprechenden Reaktionsbedingungen entstehenden Reaktionsprodukte um. Beispiele für solche Reaktionsprodukte sind Siliziumoxide und Siliziumcarbid.

[0021] Es hat sich überraschenderweise gezeigt, dass Formteile, die auf bekannte Weise isolierte Pulverteil-

chen, z.B. mittels Phosphaten isolierte Pulverteilchen, enthalten, durch Einsatz von organofunktionellen Silanen noch weiter verbessert werden können. Auch gegenüber einer ausschließlich durch den Einsatz einer Silizium enthaltenden Substanz gebildeten Isolationsschicht, ergibt sich eine Verbesserung der Eigenschaften des erfindungsgemäßen Formteils.

[0022] Die erfindungsgemäßen Formteile weisen gegenüber allen bekannten Formteilen mit vergleichbar hoher mechanischer Festigkeit eine höhere Maximalpermeabilität auf.

[0023] Die Maximalpermeabilität wird gemäß der Erfindung bei $H = 10 \text{ A/cm}$ und $f = 50 \text{ Hz}$ bestimmt.

[0024] Beschreibung der Methode zur Bestimmung der Maximalpermeabilität.

[0025] Auf einen isolierten Ring der Probe mit den Dimensionen $33 \times 20 \times 6 \text{ mm}^2$ (Außen-/Innendurchmesser/Höhe) werden eine Primärwicklung mit 100 Windungen und eine Sekundärwicklung mit 20 Windungen aufgebracht. Die Erregung des Feldes erfolgt mittels einer Sinusspannung mit einstellbarer Frequenz. An der Sekundärwicklung wird die Induktionsspannung mit einem Voltmeter ermittelt.

[0026] Die Maximalpermeabilität wird im allgemeinen durch Variation der Stärke des angelegten Feldes und Aufsuchen des Permeabilitätsmaximums auf der Neukurve bestimmt. In der Regel liegt die Maximalpermeabilität des erfindungsgemäßen Formteils jedoch bei etwa $H = 10 \text{ A/cm}$, so dass die Angabe der Permeabilität bei diesem Magnetfeld der Maximalpermeabilität mit ausreichender Übereinstimmung entspricht.

[0027] Die erfindungsgemäß angegebenen Werte für die Maximalpermeabilität bei 50 Hz entsprechen im wesentlichen dem Wert der Maximalpermeabilität im statischen Feld.

[0028] Die Maximalpermeabilität der erfindungsgemäßen Formteile im quasistatischen Feld bei $f = 50 \text{ Hz}$ beträgt vorzugsweise mindestens 275, insbesondere mindestens 300. Ganz besonders bevorzugt sind Formteile mit Maximalpermeabilitäten von mehr als 400, insbesondere 480.

[0029] Im gesamten Frequenzband von 0 und bis 4 kHz beträgt die Maximalpermeabilität vorzugsweise mindestens 200. Besonders bevorzugt ist es, wenn die Maximalpermeabilität zwischen 0 bis 4 kHz oberhalb 300, insbesondere 350 liegt. Ganz besonders bevorzugt sind solche Formteile, deren Maximalpermeabilität zwischen 0 und 4 kHz oberhalb von 400 liegt.

[0030] Für bestimmte Anwendungen ist es wünschenswert, wenn die frequenzabhängige Permeabilität der erfindungsgemäßen Formteile im Bereich von 0 bis 4 kHz bei einer höheren Aussteuerung von $B = 1 \text{ T}$ ($H > 10 \text{ A/cm}$) möglichst groß ist.

[0031] Die frequenzabhängige Permeabilität bei hoher Aussteuerung (1 T) beträgt für die erfindungsgemäßen Formteile vorzugsweise mindestens 200, insbesondere 250.

[0032] Die Biegebruchfestigkeit der erfindungsgemäßen Formteile, welche nach der weiter unten beschriebenen Methode bestimmt wird, beträgt vorzugsweise mindestens 30 N/mm^2 . Besonders bevorzugt sind Werte von mehr als 50 N/mm^2 , insbesondere 60 N/mm^2 . Ganz besonders bevorzugt sind solche erfindungsgemäßen Formteile, die eine Biegebruchfestigkeit von mehr als 80 N/mm^2 aufweisen.

[0033] Das erfindungsgemäß eingesetzte ferromagnetische Material ist vorzugsweise Eisen, Kobalt-Eisen, Nickel-Eisen oder Silizium-Eisen, welches in Form eines Pulvers eingesetzt wird. Obwohl für das ferromagnetische Material eine möglichst hohe Reinheit bevorzugt ist, sind fertigungstechnisch bedingte geringe Unreinheiten praktisch nicht zu vermeiden. Das erfindungsgemäße ferromagnetische Material enthält daher geringe Mengen an Verunreinigungen wie beispielsweise Stickstoff, Sauerstoff, Schwefel oder Kohlenstoff. Der Kohlenstoffgehalt liegt vorzugsweise unter 0,1%, insbesondere unter 0,03%. Der Stickstoffgehalt liegt bevorzugt unter 0,01%, insbesondere unterhalb 0,003%. Beispiele für erfindungsgemäß einsetzbare kommerziell erhältliche Eisenpulver sind solche der Bezeichnung "AT40.29", "ASC100.29" und "ABC100.30" der Fa. Höganäs AB, Schweden.

[0034] Vorzugsweise ist für die Teilchengröße (d_{50}) der Pulverteilchen ein Wert von mindestens etwa $50 \mu\text{m}$ sinnvoll. Im allgemeinen führen größere Teilchen auch zu höheren Maximalpermeabilitäten. Eine Obergrenze lässt sich bei zweckmäßigerweise $400 \mu\text{m}$ angeben.

[0035] Bei Optimierung der erfindungsgemäßen Formteile für eine hohe Permeabilität bei einer Aussteuerung von etwa $B = 1 \text{ T}$ ist ein Bereich von 50 bis $200 \mu\text{m}$ besonders bevorzugt, da eine obere Grenze aufgrund der im Wechselfeld auftretenden Wirbelstromverluste gegeben ist. Zur Erzielung einer hohen Maximalpermeabilität ist ein Bereich von mehr als $200 \text{ bis etwa } 400 \mu\text{m}$ besonders bevorzugt.

[0036] Die Koerzitivfeldstärke der erfindungsgemäßen Formteile beträgt vorzugsweise 1 bis 3 A/cm .

[0037] Im magnetischen Wechselfeld treten im erfindungsgemäßen Formteil elektrische Verluste auf, die sich im wesentlichen aus Hystereseverlusten und Wirbelstromverlusten zusammensetzen. In der Regel steigen die Verluste bei höheren Frequenzen an. Unter Verlusten im Sinne der Erfindung werden die Gesamtverluste aus allen gemessenen Verlustanteilen verstanden.

[0038] Die Verluste bei $B = 1 \text{ T}$ und $f = 1 \text{ kHz}$ der erfindungsgemäßen Formteile liegen vorzugsweise in einem Bereich von 80 bis 450 W/kg . Besonders bevorzugt sind solche erfindungsgemäßen Formteile, welche Verluste von weniger als 250 W/kg bei $B = 1 \text{ T}$ und $f = 1 \text{ kHz}$ aufweisen. Ganz besonders bevorzugt sind Formteile, deren Verluste unterhalb 160 W/kg liegen.

[0039] Die Messung der Verluste wird an einem Ringkern der Abmessungen $33 \times 20 \times 6 \text{ mm}^2$ mit $n_1 = 170$

und $n_2 = 20$ durchgeführt.

[0040] Der spezifische Widerstand der Formteile ist vorzugsweise größer als $500 \mu\Omega\text{m}$.

[0041] Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung eines magnetisierbaren Formteils umfassend die Schritte:

- Behandlung eines Pulvers aus einem ferromagnetischen Material mit einer Phosphatkomponente
- Behandlung mit einer weiteren Komponente enthaltend organofunktionelle Silane oder Behandlung des Pulvers mit einer Komponente, die sowohl Phosphate als auch organofunktionelle Silane enthält,
- Ggf. Zugabe von Presshilfsmitteln, Bindern, Harzen oder Gleitmitteln,
- Pressen des behandelten Pulvers zu einem Grünling und
- Glühung des Grünlings zu einem mechanisch verfestigten Formteil.

[0042] Die einsetzbaren organofunktionellen Silane sind Substanzen, die vorzugsweise Bausteine der allgemeinen Formel



wobei X eine leicht hydrolysierbare Gruppe ist und R für einen organischen Rest steht, enthalten.

[0043] Beispiele für leicht hydrolysierbare Gruppen sind Cl, OCH_3 , OCH_2H_5 oder $OCH_2CH_2OCH_3$.

[0044] Geeignete organische Reste sind beispielsweise Wasserstoff oder aliphantische oder aromatische Reste mit 2 bis 10 C-Atomen, die entweder unsubstituiert oder teilweise substituiert sein können. Geeignete Substituenten sind beispielsweise F, Br, I oder bevorzugt Chlor. Vorzugsweise werden unsubstituierte organische Reste eingesetzt.

[0045] Die eingesetzten organofunktionellen Silane enthaltenden Substanzen sind beispielsweise Vinylsilane, wie Vinyltrichlorsilan, Vinyltriethoxysilan, Vinyltrimethoxysilan, Vinyl-tris-(β -methoxyethoxy)-silan oder Vinyl-triacetoxysilan, Aminosilane, wie γ -Aminopropyl-triethoxysilan, γ -Aminopropyl-trimethoxysilan, N- β -(Aminoethyl)- γ -aminopropyl-trimethoxysilan oder N- β -(Aminoethyl)- γ -aminopropyl-trimethoxysilan oder N- β -(Aminoethyl)-N-(β -Aminoethyl)- γ -aminopropyl-trimethoxysilan, Ureisosalkylsilane, Epoxyalkylsilane, wie β -Glycidylpropyl-trimethoxysilan, Methacrylalkylsilane, wie γ -Methacryloxypropyl-trimethoxysilan oder γ -Methacryloxypropyl-tris-(β -methoxyethoxy)-silan oder Mercaptoalkylsilane, wie γ -Mercaptopropyl-trimethoxysilan oder γ -Mercaptopropyl-triethoxysilan.

[0046] Der Gewichtsanteil der organofunktionellen Silane liegt vorzugsweise im Bereich von 0,1 bis 3 Gew.-%, insbesondere 0,25 bis 2 Gew.-%.

[0047] In den Formteilen sind vorzugsweise übliche Gleitmittel zur Verbesserung der Pressdichte vorhanden. Beispiele für geeignete Gleitmittel sind Calcium-, Lithium-, Magnesium-, Zinkstearat und Stearinsäure. Im Prinzip sind aber auch andere Gleitmittel denkbar, solange sie auf den Pressvorgang unterstützend wirken und sich nicht nachteilig auf die Rieselfähigkeit des Pulvers auswirken.

[0048] Vorzugsweise wird als Gleitmittel Lithiumstearat, Stearinsäure oder Ca-Stearat in einer Menge eingesetzt, die einerseits den Pressvorgang ausreichend unterstützt, andererseits jedoch noch zu hohen Maximalpermeabilitäten führt. Der Gewichtsanteil liegt bevorzugt im Bereich von 0 bis 5 Gew.-%, insbesondere zwischen 0 und 0,6 Gew.-%.

[0049] Die erfindungsgemäß einsetzbaren Pulver können gegläht (vorbehandelt) oder ungegläht verwendet werden. Werden die Pulver gegläht eingesetzt, so ist eine reduzierende Atmosphäre, insbesondere eine wasserstoffhaltige Atmosphäre, bevorzugt.

[0050] Die Behandlung des Pulvers erfolgt auf an sich bekannte Weise, wie beispielsweise in W. Rausch et. al, "Die Phosphatierung von Metallen", 2. Auflage, Eugen Leuze Verlag, Saulgau (1988) beschrieben.

[0051] Als äußere Schicht kann auf die Pulverteilchen ein Thermoplast oder Duroplast aufgebracht werden, welches vor dem Pressen zu einem Grünling ausgehärtet wird, Vorzugsweise wird jedoch kein Thermoplast oder Duroplast aufgebracht.

[0052] Der Pressvorgang kann entweder bei Raumtemperatur oder bei einer Temperatur oberhalb Raumtemperatur (Warmpressen) erfolgen. Wenn warmgepresst wird, sind Temperaturen von mindestens 80°C bevorzugt.

[0053] Vorzugsweise wird die Glühung des Grünlings in einer oxidierenden Atmosphäre, wie beispielsweise Luft oder befeuchtetem Wasserstoff durchgeführt.

[0054] Die Glühung des Grünlings findet bevorzugt bei einer Temperatur von mindestens 500°C statt. Die Temperatur ist nach oben begrenzt durch die Temperatur, bei der die Isolationsschicht unwirksam wird. Für die eingesetzten Isolationsmittel liegt diese Grenze vorzugsweise etwa bei 680°C . Es kann dabei zur Erhöhung der Festigkeit von Vorteil sein, die Glühung bei verschiedenen Temperaturstufen durchzuführen.

[0055] Es ist möglich, die Silanbehandlung vor oder nach der Phosphatierungsbehandlung durchzuführen. Bevorzugt wird die Phosphatierung allerdings vor der Silanbehandlung durchgeführt. Die Phosphate können in wässriger oder nichtwässriger Lösung angewendet werden.

[0056] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist es ebenfalls möglich, die Phosphatbeschichtung und Silanbeschichtung in einem Arbeitsgang durchzuführen. Es hat sich gezeigt, dass die Pulverteilchen analog der in der DE-A1-4 403 876 beschriebenen Methode zur Passivierung von metallischen Oberflächen von Schrauben beschichtet werden können. Bei dieser Methode enthält das Silan bzw. Polysiloxan eingebaute Phosphor-Sauerstoff-Baugruppen, die vorzugsweise als Zwischenglieder in Polysiloxan-ketten (Si-O-Si-O-P-P-Si-...) eingebaut sein können. Dabei ist das Atomverhältnis P : Si in der Siloxanschicht vorzugsweise größer als 0,01.

[0057] Die erfindungsgemäßen Formteile können je nach Herstellungsbedingungen eine offene Restporosität besitzen, die sich nachteilig auf die Korrosionsbeständigkeit auswirken kann. Zur Verbesserung des Korrosionsschutzes wird vorzugsweise das Formteil nach der Glühung einer Vakuumimprägnierung mit flüssigen Harzen und anschließender Härtung unterzogen. Geeignete Harze sind an sich bekannte vernetzende oder thermoplastische Harze, wie beispielsweise anaerobe Methacrylatharze. Das Eindringen des Harzes in das Formteil kann mit Hilfe von unter Druck stehendem Gas gefördert werden. Geeignete Drücke liegen zweckmäßigerweise im Bereich von 0,3 bis 3,0 MPa. Auf diese Weise lassen sich öl- und benzinfeste Formteile mit guter Temperaturbeständigkeit bis zu etwa 250°C herstellen.

[0058] Ferner umfasst die vorliegende Erfindung die Verwendung des erfindungsgemäßen Formteils in Magnetventilen, als Kerne von Zündspulen oder als Joche in Magnetsystemen zur Ventilsteuerung oder als Rotor oder Stator in Motoranwendungen oder anderen elektrischen Maschinen.

Ausführungsbeispiel

[0059] Die Erfindung wird nachfolgend anhand von in den Figuren Zeichnung gezeigten Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigt:

Fig. 1 die Frequenzabhängigkeit der Maximalpermeabilität von Proben gemäß Herstellung nach den Beispielen 1, 3, 4, 6, 7, und 8,

Fig. 2 die Frequenzabhängigkeit der Maximalpermeabilität von Proben gemäß Herstellung nach den Beispielen 1 und 10–19 und

Fig. 3 die Frequenzabhängigkeit der Maximalpermeabilität von Proben gemäß Herstellung nach den Beispielen 20 und 21 mit variiertem Aussteuerung des Ringkerns.

Beispiel 1 (Vergleich)

Herstellung von Kernen mit Phosphatisierung in wässriger Lösung

[0060] 200 g Eisenpulver (AT 40.29, Fa. Höganäs) mit einer mittleren Teilchengröße $d_{50} = 265 \mu\text{m}$ und einem C-Gehalt bzw. N-Gehalt von etwa 0,003% und einem O-Gehalt von etwa 0,081% wurde auf HCl angeätzt und mit einer wässrigen Lösung zur Phosphatierung behandelt.

[0061] Zur Herstellung der Lösung wurde die kommerziell erhältliche Phosphatierung Novaphos® F 2311 (Fa. Novamax) in Wasser gelöst (15 g F 2311 pro Liter Wasser) und die Lösung bei 57°C mit Natronlauge auf einen pH-Wert von 5,0 eingestellt. Anschließend wurde das Eisenpulver mit 1 l der Lösung gemischt. Nach 5 min wurde die Reaktion durch Spülen mit Wasser gestoppt und das Pulver bei 130°C an Luft getrocknet.

[0062] Anschließend wurde das Pulver mit einem nach der Härtung flexiblen Epoxid-Harz (Epikote® EP 1055, Fa. Shell; Erweichungstemperatur 90–95°C, Dichte: 1,19 g/cm³) gemischt. Das Harz wurde in Form einer 20%-igen Aceton-Lösung eingesetzt und dem Pulver in einer Menge von 2,5 g pro 100 g Pulver (0,5% EP 1055) zugegeben. Die Mischzeit betrug 30 min. Anschließend erfolgte eine Verdampfung des Lösungsmittels im Vakuum.

[0063] Vor dem Pressen wurde als Gleitmittel 0,5 Gew.-% Calciumstearat zugegeben und ca. 30 min untergemischt.

[0064] Das so hergestellte Pulver wurde in einer unidirektionalen Presse mit einem Druck von 600 MPa zu Ringen mit einem Außendurchmesser von 33 mm, Innendurchmesser von 20 mm und einer Höhe von 6 mm gepresst. Schließlich erfolgte eine Glühung in 2 Stufen, zunächst 1 h bei 600°C in alternierender Luft/Vakuum und dann 1 h bei 520°C an Luft.

Beispiel 2 (Vergleich)

Nicht wässrige Phosphatierung

Die Herstellung entspricht Beispiel 1 mit folgendem Unterschied:

[0065] 1000 g Eisenpulver entsprechend Beispiel 1 werden mit 80 g Aceton und 3,37 g H_3PO_4 und 1 g H_2O 30 min reaktionsgemischt und bei Raumtemperatur unter Vakuum getrocknet.

[0066] Die Maximalpermeabilität über die Frequenz dieser Probe ist in **Fig. 1** (AT 40.29 OF) und 2 (AT 40.20 OF/0,5% EP 1055 =, 5% Ca RT) aufgetragen.

Beispiele 3 bis 5

Phosphat und Silanbehandlung

[0067] Entsprechend Beispiel 2 wurden Eisenpulver mit einer Phosphatschicht versehen und dann mit unterschiedlichen organofunktionellen Silanen beschichtet.

Verwendete Silanverbindungen:

Beispiel	Probe	Verbindung	Herstellerbezeichnung
3	S187	γ -Glycidyl-oxypentyl-trimethoxysilan	Union Carbide® A 187
4	S1100	Vinyl-tris-(β -methoxyethoxy)-silan	Union Carbide® A 172
5	S172	γ -Aminopropyl-triethoxysilan	Union Carbide® A 1100

[0068] Aus diesen Silanverbindungen wurden verschiedene Lösungen der Zusammensetzung 4 g Silan, 95 g Isopropanol und 1 g aqua dest hergestellt.

[0069] Zur Bildung der Silanschicht wurden die phosphatierten Fe-Pulver mit der Silanlösung im Mengenverhältnis 0,5 g Silan pro 100 g Eisenpulver gemischt und 1 h reaktionsgemischt. Die Mischungen wurden dann 1,5 h bei 150°C im Vakuum getrocknet.

[0070] Anschließend wurden die Pulver entsprechend Beispiel 1 zu Kernen weiterverarbeitet.

[0071] Die gemessene Maximalpermeabilität ist in **Fig. 1** dargestellt.

Beispiele 6 bis 8

Variation des Silananteils

[0072] Es wurden Kerne gemäß Beispielen 3 bis 5 mit unterschiedlichem Silananteil hergestellt.

Beispiel	Menge Silan pro 100 g Ei- senpulver	Silanverbindung
6	0,2 g	A1100
7	0,2 g	A187
8	0,05 g	A187
9	1 g	A187

[0073] **Fig. 1** zeigt die Maximalpermeabilität der hergestellten Kerne in Abhängigkeit der Frequenz des Magnetfelds im Vergleich zu Proben ohne Zusatz von organofunktionellen Silanen (AT 40.29 OF).

Beispiele 10 bis 19

Variationen des Gleitmittels und der Presstemperatur

[0074] Entsprechend der Beispiele 3 und 9 wurden Kerne hergestellt, bei denen den Pulvern vor dem Pressen 0,5% eines Gleitmittels zugesetzt wurden. Das Pressen der Pulver erfolgte entweder bei Raumtemperatur (RT) oder bei 150°C.

Beispiel	Gleitmittel	Presstemperatur	Menge Silan A187
10	Li-Stearat	RT	0,5 %
10a	Li-Stearat	150°C	0,5 %
11	Stearinsäure	RT	0,5 %
11a	Stearinsäure	150°C	0,5 %
12, 13	Ca-Stearat	RT	0,5 %
13a	Ca-Stearat	150°C	0,5 %
14	Ca-Stearat	RT	1%
15	Li-Stearat	RT	1 %
16	Ca-Stearat	150°C	1 %
17	Li-Stearat	150°C	1 %
18	Stearinsäure	RT	1 %
19	Stearinsäure	150°C	1 %

[0075] Die Maximalpermeabilität der Kerne in Abhängigkeit von der Frequenz des angelegten Feldes ist in **Fig. 2** dargestellt.

[0076] In Tabelle 1 sind die Messwerte der Maximalpermeabilität bei einer Frequenz des angelegten Feldes von $f = 50$ Hz für die Beispiele 10, 11, und 13–19 zusammengefasst.

Beispiel 20

[0077] 5 kg des Pulvers AT 40.29 (Fa. Höganäs) mit $d_{50} = 265 \mu\text{m}$ wurden mit 15 g H_3PO_4 und Aceton in einem

Mischer phosphatiert. Anschließend wurde das Aceton abgepumpt. Nach Zugabe von 50 g Silan A187 mit Iso-
propanol und Wasser wurde abermals durchgemischt und abgepumpt. Das erhaltene Pulver wurde mit 0,5%
Li-Stearat in einem Taumelmischer versetzt. Die Herstellung von Ringen erfolgte entsprechend Beispiel 1.

[0078] Die Maximalpermeabilität ($H = 10 \text{ A/cm}$) betrug 440.

[0079] Die Frequenzabhängigkeit der Maximalpermeabilität und der Permeabilität bei $B = 1 \text{ T}$ zeigt **Fig. 3**.

Beispiel 21

[0080] Es wurden entsprechend Beispiel 20 weitere Ringe hergestellt, jedoch durch Verwendung eines Pul-
vers mit $d_{50} = 120 \mu\text{m}$ (ABC100.30, Fa. Höganäs).

[0081] Bei $f = 3 \text{ kHz}$ und einer Induktion $B = 1 \text{ T}$ (höhere Aussteuung gegenüber Beispiel 20) wird eine Per-
meabilität von 304 erreicht. Die Frequenzabhängigkeit der Maximalpermeabilität und der Permeabilität bei $B =$
 1 T ist in **Fig. 3** dargestellt.

Messung der Biegefestigkeit

[0082] Um die Biegefestigkeit der Kerne zu bestimmen, wurden analog der vorstehenden Beispiele quader-
förmige Stäbe mit den Abmessungen $l_s = 40 \text{ mm}$, $b = 10 \text{ mm}$, $h = 4 \text{ mm}$ gepresst.

[0083] Die Messung erfolgte auf übliche Weise durch Auflage des Stabes an zwei Punkten mit einem Abstand
von 15 mm und Anlegen einer nach unten wirkenden Kraft in der Mitte zwischen diesen Punkten. Aus der ge-
messenen Biegebruchkraft F_B errechnet sich die Biegefestigkeit s_B nach folgender Formel:

$$S_B = 1,5 \times (F_B \times l_s) / (b \times h^2)$$

[0084] Die Biegebruchfestigkeit wurde jeweils an 3 gleichartigen Proben gemessen und aus den Werten für
 s_B der Mittelwert bestimmt. Die Ergebnisse der Messungen sind in Tab. 2 dargestellt.

[0085] Die Beispiele zeigen, dass durch den Einsatz von organofunktionellen Silanen die Permeabilität von
Pulverkernen erhöht werden kann. Insbesondere im Frequenzbereich bis 4 kHz und darüber zeigt sich eine
erhebliche Verbesserung gegenüber bekannten Pulverkernen (AT 40.29 OF).

[0086] Ferner werden noch drei weitere Gruppen an Ausführungsbeispielen vorgestellt. Für jede Gruppe wer-
den im folgenden zwei Ausführungsbeispiele aufgeführt. Alle Pulver (teilweise vorgeglüht) wurden gemäß der
vorliegenden Erfindung beschichtet, gepresst und geglüht. Die Herstellungsparameter und die resultierenden
Eigenschaften sind in den nachfolgenden Tabellen aufgeführt.

1. Gruppe

Bsp.	Pulver	Vorglühung	Lithium-Stearat	Pressdruck	Press-temperatur	Glüh-temperatur	Glühprofil	Glüh-atmos-phäre
			[Gew. %]	[MPa]	[°C]	[°C]		
1	ASC 100.29	ja (+0,75 Gew.% MgO)	0,25	800	20	525	1 h	Ar
2	ABC 100.30	nein	0,125	800	20	500	1 h	OF

Bsp.	Dichte	μ_{\max} (50 Hz)	spezi-fischer Widerstand	Koerzi-tiv-feldstärke	spezifi-sche Verlust-leistung (50 Hz / 1 T)	spezifi-sche Verlust-leistung (1 kHz / 1 T)	c
	[g/cm ³]		[$\mu\Omega\text{m}$]	[A/cm]	[W/kg]	[W/kg]	[(Ws ²) / (kgm ²)]
1	7,37	310	788	2,29	5,59	124	0,40
2	7,33	300	895	2,44	5,78	131	0,22

2. Gruppe

Bsp.	Pulver	Vorglühung	Lithium-Ste-arat	Pres-s-druc-k	Press-temperatur	Glüh-temperatur	Glüh-pro-fil	Glüh-at-mos-phäre
			[Gew. %]	[MPa]	[°C]	[°C]		
3	ASC 100.29	nein	0,25	800	20	550	OF	OF
4	ASC 100.29	nein	0,25	800	150	550	OF	OF

Bsp.	Dichte	μ_{\max} (50 Hz)	spezi-fi-scher Wider-stand	Koerzi-tiv-feldstä-rke	spezifi-sche Verlust-leistung (50 Hz / 1 T)	spezifi-sche Verlust-leistung (1 kHz / 1 T)	c
	[g/cm ³]		[$\mu\Omega\text{m}$]	[A/cm]	[W/kg]	[W/kg]	[(Ws ²) / (kgm ²)]
3	7,31	323	392	2,28	5,53	121	0,23
4	7,39	369	227	2,26	5,37	124	0,48

3. Gruppe

Bsp.	Pulver	Vorglühung	Litium-Stearat	Pressdruck	Press-temperatur	Glüh-temperatur	Glühprofil	Glühatmosphäre
			[Gew. %]	[MPa]	[°C]	[°C]		
5	AT 40.29	ja (+0,25 Gew.% MgO)	0,25	800	20	525	1 h	Luft
6	ABC 100.30	nein	0,25	800	20	550	OF	OF

Bsp.	Dichte	μ_{\max} (50 Hz)	spezifischer Widerstand	Koerzitivfeldstärke	spezifische Verlustleistung (50 Hz / 1 T)	spezifische Verlustleistung (1 kHz / 1 T)	c
	[g/cm ³]		[$\mu\Omega\text{m}$]	[A/cm]	[W/kg]	[W/kg]	[(Ws ²) / (kgm ²)]
5	7,33	370	79	1,89	5,03	157	0,64
6	7,32	330	76	2,08	5,18	140	0,97

[0087] Alle Daten der oben aufgeführten drei Gruppen beziehen sich auf Mittelwerte von Messungen an jeweils drei Ringen bzw. fünf Stäben.

[0088] Die Widerstände wurden an Stäben mit oxidiert Oberfläche gemessen. Die Oxidation resultiert aus der Glühung, wegen der sehr geringen Porösität des Materials (hohe Dichte) ergibt sich aber nur eine dünne Oxidschicht.

[0089] Die Oxidschicht ist ein besserer elektrischer Leiter als der eigentliche Pulververbundwerkstoff. Bei der Widerstandsmessung über die Stablänge liegt demnach eine Parallelschaltung aus dünner Oxidschicht (geringer spez. Widerstand) und Pulververbundwerkstoff (hoher spez. Widerstand) vor. Die gemessenen Werte des spez. Widerstands für den gesamten Stab sind deshalb kleiner als der spez. Widerstand für den eigentlichen Pulververbundwerkstoff.

Patentansprüche

1. Pulvermetallurgisch hergestelltes Formteil aus verpressten und geglühten weichmagnetischen phosphatbeschichteten Pulverteilchen, wobei die phosphatbeschichteten Pulverteilchen vor der Glühung mit organofunktionellen Silanen beschichtet worden sind, wobei der Gewichtsanteil der organofunktionellen Silane zwischen 0,1 und 3 Gew.% an dem ungeglühten Formteil liegt und das Formteil nach der Glühung keine polymerisierten organofunktionellen Silane enthält, gekennzeichnet durch einen spezifischen Widerstand $\rho \geq 10 \mu\Omega\text{m}$, eine Koerzitivfeldstärke $H_c \leq 3,0 \text{ A/cm}$, Hystereseverlust $W_H \leq 0,14 \text{ J/kg}$ (bei einer Austeuerung von $B = 1 \text{ T}$), einer Maximalpermeabilität (gemessen bei $f = 50 \text{ Hz}$) > 275 und eine Dichte $\gamma \geq 7,1 \text{ g/cm}^3$.

2. Formteil nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der spezifische Widerstand $\rho \geq 200 \mu\Omega\text{m}$ beträgt.

3. Formteil nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der spezifische Widerstand $\rho \geq 750 \mu\Omega\text{m}$ beträgt.
4. Formteil nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Hystereseverluste $W_H \leq 0,115 \text{ J/kg}$ bei einer Aussteuerung von 1 Tesla betragen.
5. Formteil nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Hystereseverluste $W_H \leq 0,110 \text{ J/kg}$ bei einer Aussteuerung von 1 Tesla betragen.
6. Formteil nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Verlustfaktor $c \leq 1,00 \text{ (Ws}^2\text{)/(kgm}^2\text{)}$ beträgt.
7. Formteil nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Verlustfaktor $c \leq 0,50 \text{ (Ws}^2\text{)/(kgm}^2\text{)}$ beträgt.
8. Formteil nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die frequenzabhängige Maximalpermeabilität bei 10 A/cm im gesamten Frequenzband von 0 bis 4 kHz mindestens 200 beträgt.
9. Formteil nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Biegebruchfestigkeit mindestens 30 MPa beträgt.
10. Formteil nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Pulverteilchen aus Eisen, Nickel-Eisen, Kobalt-Eisen oder Silizium-Eisen mit einer mittleren Teilchengröße $d_{50} > 50 \mu\text{m}$ bestehen.
11. Formteil nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Pulverteilchen aus wasserverdüstetem Eisen bestehen.
12. Formteil nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Teilchengröße d_{50} der Pulverteilchen im Bereich von etwa 50 bis etwa 400 μm liegt.
13. Verfahren zur Herstellung eines magnetisierbaren Formteils umfassend die Schritte:
 - Behandlung eines Pulvers aus einem ferromagnetischen Material mit einer Phosphatkomponente,
 - Behandlung mit einer weiteren Komponente enthaltend organofunktionelle Silane oder Behandlung des Pulvers mit einer Komponente, die sowohl Phosphate als auch organofunktionelle Silane enthält,
 - Pressen des behandelten Pulvers zu einem Grünling und
 - Glühung des Grünlings oberhalb der Zersetzungstemperatur der organofunktionellen Silane zu einem mechanisch verfestigten Formteil.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass die organofunktionellen Silane Bausteine der allgemeinen Formel

$$\begin{array}{c} X \\ R(\text{CH}_2)_n - \text{Si} - X \\ X \end{array} \quad (1)$$
 wobei x eine leicht hydrolysierbare Gruppe ist und R für einen organischen Rest steht, enthalten.
15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Glühung in einer oxidierenden Atmosphäre oder unter Schutzgas durchgeführt wird.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Glühung des Grünlings bei einer Temperatur von mindestens 400°C stattfindet.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Phosphatisierung vor der Silanbehandlung durchgeführt wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Phosphatisierung und Silanbehandlung in einem Arbeitssgang durchgeführt wird.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass das Formteil nach der Glühung einer Vakuumimprägnierung mit flüssigen Harzen unterzogen wird.

20. Verwendung des Formteils nach Anspruch 1 in Magnetventilen als Kerne von Zündspulen oder als Joche in Magnetsystemen zur Ventilsteuerung oder als Stator oder Rotor in elektrischen Maschinen.

Es folgen 5 Blatt Zeichnungen

FIG 1

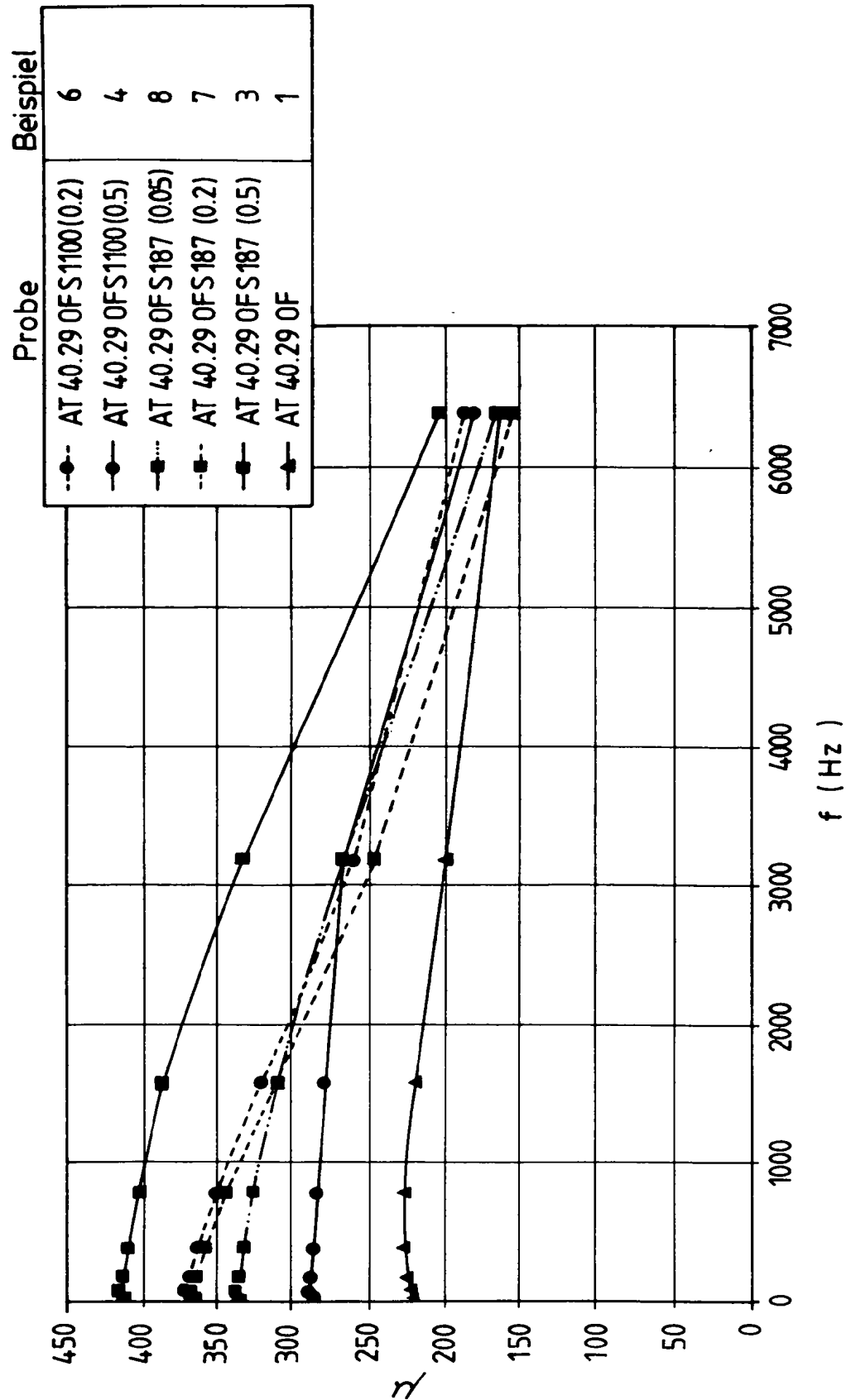


FIG 2

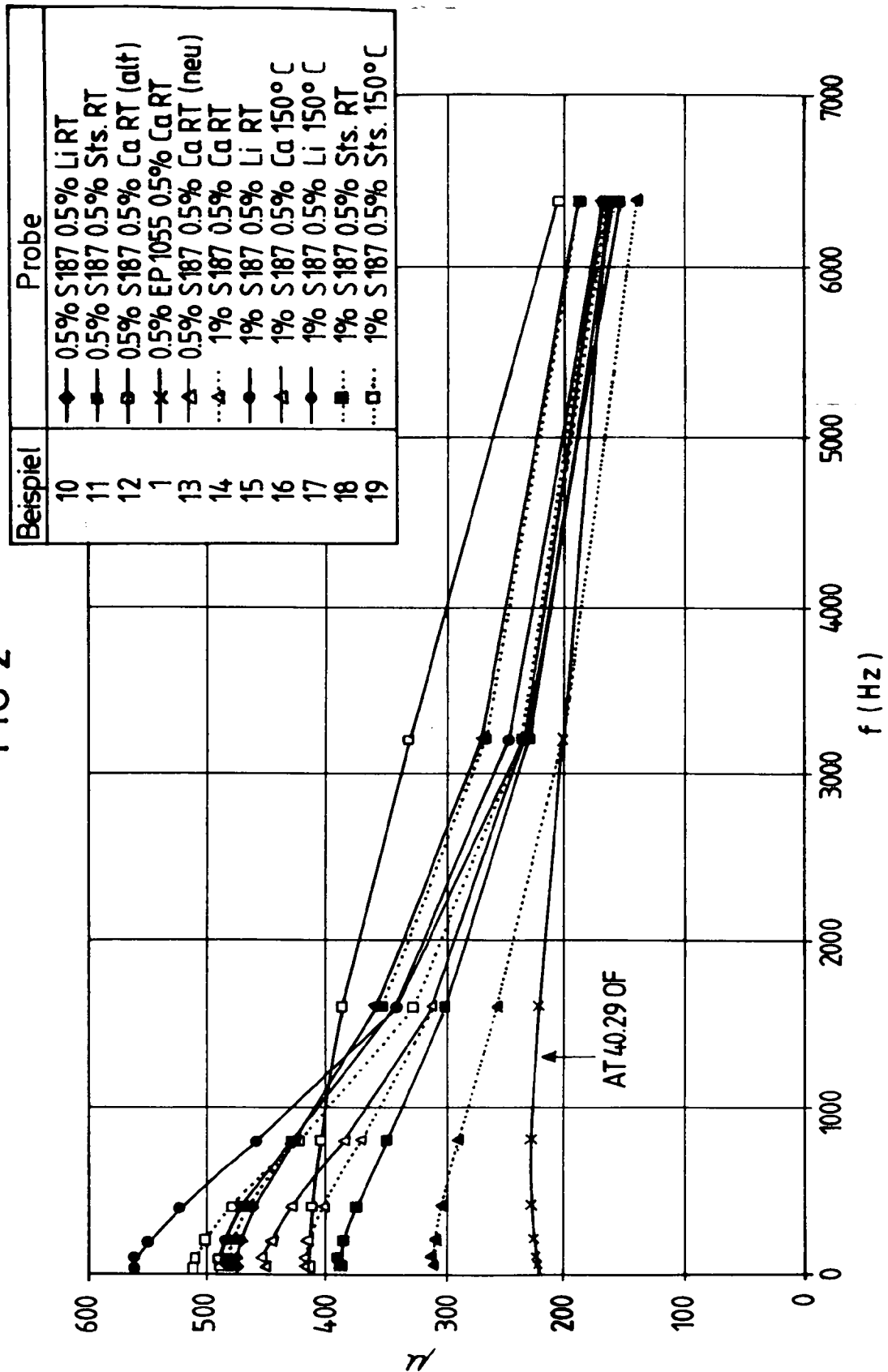
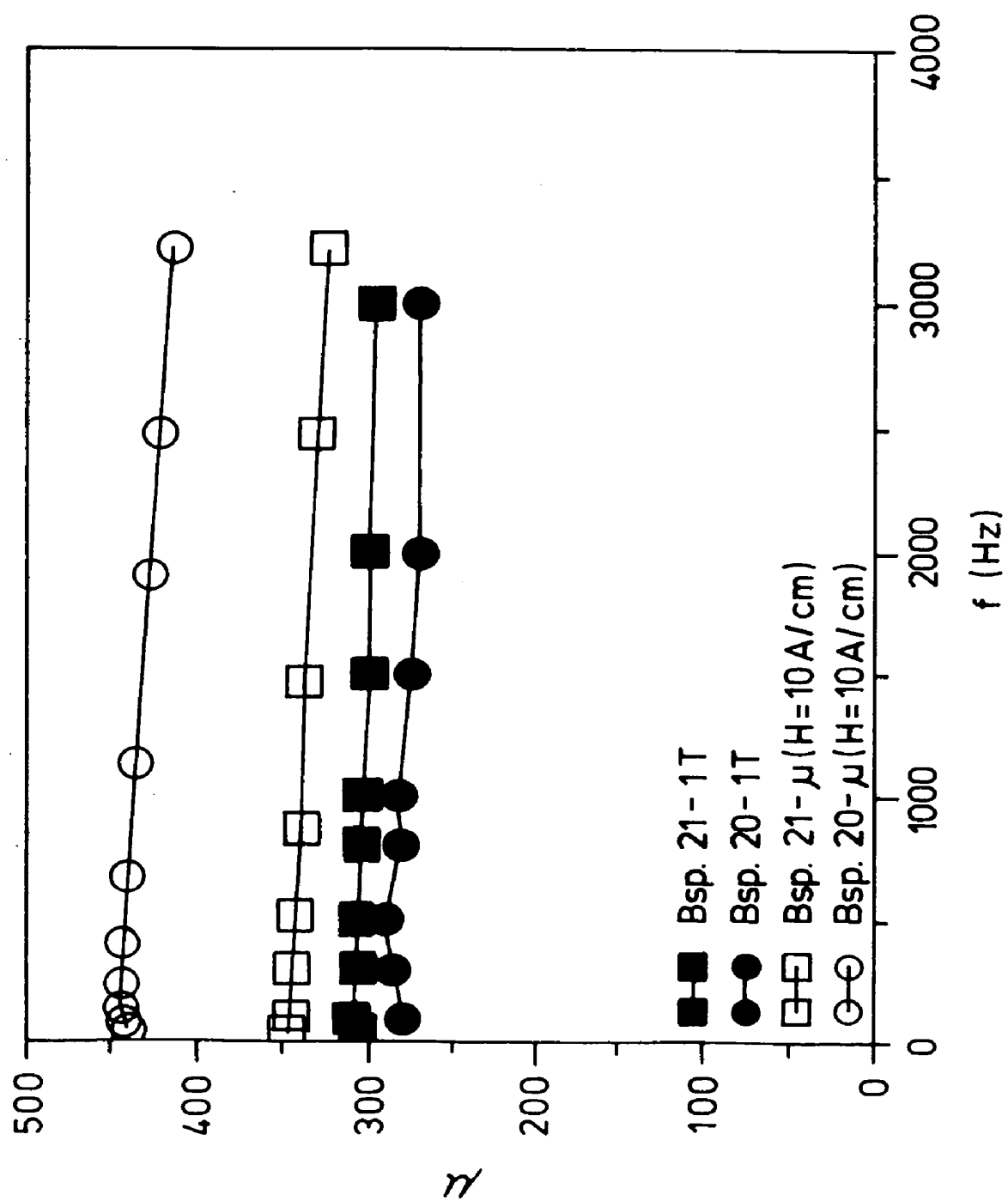


FIG 3



Tab. 1

Maximalpermeabilität verschiedener Silansorten im Vergleich
 $f = 50 \text{ Hz}$ ($H = 10 \text{ A/cm}$) Messung am μ -Meßplatz, $N1 = 100$

Beispiel	Charge	μ max
13 13a	AT 40.29 OF + 0.5% S187 + 0.5% Ca-Stearat RT 150° C	312 482
10 10a	+0.5% Li- Stearat RT 150° C	474 588
11 11a	+0.5% Stearins. RT 150° C	388 488
14 16	+1% S187 + 0.5% Ca-Stearat RT 150° C	418 450
15 17	+0.5% Li- Stearat RT 150° C	489 561
18 19	+0.5% Stearins. RT 150° C	482 513

Tab. 2

Beispiel	Charge	Mittelwert der Biegefestigkeit [N/mm ²] S _B
13	AT 40.29 0F + 0,5% S187 + 0,5% Ca-Stearat RT	34
13a	AT 40.29 0F + 0,5% S187 + 0,5% Ca-Stearat 150°C	34
10	AT 40.29 0F + 0,5% S187 + 0,5% Li -Stearat RT	44
10a	AT 40.29 0F + 0,5% S187 + 0,5% Li -Stearat 150°C	49
11	AT 40.29 0F + 0,5% S187 + 0,5% Stearinsäure RT	44
11a	AT 40.29 0F + 0,5% S187 + 0,5% Stearinsäure 150°C	37
14	AT 40.29 0F + 1% S187 + 0,5% Ca-Stearat RT	42
16	AT 40.29 0F + 1% S187 + 0,5% Ca-Stearat 150°C	33
15	AT 40.29 0F + 1% S187 + 0,5% Li -Stearat RT	48
17	AT 40.29 0F + 1% S187 + 0,5% Li -Stearat 150°C	42
18	AT 40.29 0F + 1% S187 + 0,5% Stearinsäure RT	44
19	AT 40.29 0F + 1% S187 + 0,5% Stearinsäure 150°C	40
20	AT 40.29 , d ₅₀ = 265 µm + 0,5% Li-Stearat	81
21	AT 40.29 , d ₅₀ = 265 µm + 0,5% Ca-Stearat	94

RT bzw. 150°C heißt kalt- bzw. warmgepresst